

**PCT**ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE  
Bureau international

## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

<b>(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> :</b> <b>C07C 233/05, A61K 7/48</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Numéro de publication internationale: WO 98/56754</b>  <b>(43) Date de publication internationale: 17 décembre 1998 (17.12.98)</b>
<b>(21) Numéro de la demande internationale:</b> PCT/FR98/01077 <b>(22) Date de dépôt international:</b> 28 mai 1998 (28.05.98)  <b>(30) Données relatives à la priorité:</b> 97/07241 11 juin 1997 (11.06.97) FR  <b>(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US):</b> L'OREAL [FR/FR]; 14, rue Royale, F-75008 Paris (FR).  <b>(72) Inventeurs; et</b> <b>(75) Inventeurs/Déposants (US seulement):</b> PHILIPPE, Michel [FR/FR]; 34, rue Pierre et Marie Curie, F-91320 Wissous (FR). SEMERIA, Didier [FR/FR]; 10, allée des Lavandières, F-77181 Courtry (FR).  <b>(74) Mandataire:</b> DODIN, Catherine; L'Oréal D.P.I., 90, rue du Général Roguet, F-92583 Clichy Cedex (FR).		<b>(81) États désignés:</b> AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, GM, GW, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).  Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>
<b>(54) Title: COSMETIC COMPOSITION COMPRISING AN AMIDE AND NOVEL AMIDES</b> <b>(54) Titre: COMPOSITION COSMETIQUE COMPRENANT UN AMIDE ET NOUVEAUX AMIDES</b>  <div style="text-align: center;"> <math display="block">\begin{array}{c} \text{R}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{R}_1 \\   \\ \text{R}_2 \end{array} \quad (I')</math> </div> <b>(57) Abstract</b> <p>The invention concerns a composition, in particular a cosmetic composition, comprising at least a powder substance and a branched amide used as dispersion agent. The invention also concerns novel branched amides of formula (I').</p> <b>(57) Abrégé</b> <p>L'invention concerne une composition, notamment cosmétique, comprenant au moins une matière pulvérulente et un amide ramifié utilisé comme agent de dispersion. L'invention concerne aussi de nouveaux amides ramifiés de formule (I').</p>		

# **UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroon	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakhstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

### **Composition cosmétique comprenant un amide et nouveaux amides**

La présente invention concerne une nouvelle composition, notamment cosmétique, comprenant des matières pulvérulentes et des amides particuliers. L'invention concerne également l'utilisation de certains amides comme agent dispersant de matières pulvérulentes, ainsi qu'un procédé de dispersion de matières pulvérulentes.

Il est connu d'employer dans les compositions cosmétiques des matières pulvérulentes telles que des pigments ou des charges dans le but notamment de conférer à ces compositions une couleur désirée. Certains pigments d'oxydes métalliques, comme le dioxyde de titane, sont également utilisés pour leurs bonnes propriétés anti-UV connues. Toutefois, l'incorporation de ces matières pulvérulentes dans les compositions cosmétiques n'est pas toujours facile à mettre en œuvre. En effet, on observe fréquemment l'apparition d'agglomérats et les pigments ont souvent tendance à sédimenter au cours du temps : la dispersion des pigments dans la composition n'est alors plus homogène. La sédimentation des pigments ne permet plus de conserver l'uniformité de la couleur de la composition, notamment lors de son application sur la peau. Cette sédimentation peut également engendrer une diminution sensible de l'efficacité de la protection solaire conférée par les pigments possédant une propriété anti-UV.

Pour empêcher l'agglomération et/ou la sédimentation des pigments, il a été proposé d'utiliser des agents de dispersion, et notamment des esters d'alkyle ramifiés. Par exemple, les brevets US-A-5476643 et US-A-5516506 décrivent l'emploi d'esters de néopentylglycol pour favoriser la dispersion des pigments. Selon la demande WO 94/18940, il est aussi connu d'améliorer la dispersion des pigments d'oxyde de titane en utilisant des composés organiques ramifiés tels que des esters, des éthers, des hydrocarbures ou des silicones, et en particulier le néopentanoate d'octyldodécyle.

Bien que ces agents dispersants décrits dans l'état de la technique permettent de mettre en dispersion les pigments couramment utilisés dans le domaine cosmétique, la stabilité dans le temps de ces dispersions n'est toutefois pas satisfaisante. En effet, on constate qu'après plusieurs heures de stockage, voire même plusieurs jours, la dispersion de pigments ne conserve pas son homogénéité car les pigments séimentent au cours du temps.

Par ailleurs, il est connu par le brevet US-A-5162315 et la demande de brevet JP-A-62-215537, d'utiliser des amides comportant au moins deux chaînes alkyle pour améliorer la pénétration cutanée d'agents actifs pharmaceutiques. Dans la demande WO 88/04167, des amides comportant deux chaînes alkyle sont employés dans une composition antisolaires ou hydratante, sous forme d'émulsion, pour conférer à la composition une résistance à l'humidité.

La présente invention a pour but de permettre la préparation et l'obtention d'une composition qui comprend de matières pulvérulentes dispersées de manière homogène et qui est stable dans le temps.

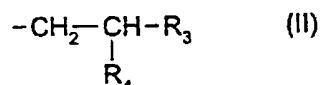
- 5 La Demanderesse a découvert, de façon inattendue et surprenante, qu'en utilisant certains amides ramifiés, on pouvait obtenir une dispersion de matières pulvérulentes parfaitement stable. De plus, la stabilité de la dispersion ainsi obtenue peut être conservée pendant plus d'une semaine, voire pendant plus d'un mois.
- 10 Aussi, l'invention concerne une composition comprenant au moins une matière pulvérulente et au moins un amide de formule (I) suivante :



- 15 dans laquelle  $R^1$  et  $R^2$ , indépendamment l'un de l'autre, désignent un radical alkyle ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 3 à 30 atomes de carbone. De préférence,  $R^1$  et  $R^2$ , indépendamment l'un de l'autre, désignent un radical alkyle ramifié saturé ayant de 3 à 20 atomes de carbone. Plus préférentiellement,  $R^1$  comporte de 3 à 10 atomes de carbone et  $R^2$  comporte de 10 à 20 atomes de carbone.

20

Avantageusement,  $R^2$  désigne un radical ramifié de formule (II) :



- 25 dans laquelle  $R_3$  et  $R_4$ , indépendamment l'un de l'autre, désignent un radical alkyle linéaire comprenant de 1 à 27 atomes de carbone, sous réserve que le nombre total d'atome de carbone du radical de formule (II) soit inférieur ou égal à 30. De préférence,  $R_3$  et  $R_4$ , indépendamment l'un de l'autre, comportent de 2 à 12 atomes de carbone, et plus préférentiellement de 2 à 10 atomes de carbone.

30

Comme groupement  $R^1$ , on peut citer par exemple les groupements tert-butyle et 2,4,4-triméthyl pentyle.

- 35 Comme groupement  $R^2$ , on peut notamment citer les groupements 2-octyl dodécyl et 2-butyl octyl.

Parmi les composés préférés correspondant à la formule générale (I), on peut notamment citer :

- 40 - le N-néopentanoyl-2-octyl-dodécylamine,  
 - le N-néopentanoyl-2-butyl-octylamine,  
 - le N-(3,5,5-triméthyl-hexanoyl)-2-octyl-dodécylamine,  
 - le N-(3,5,5-triméthyl-hexanoyl)-2-butyl-octylamine.

Les composés de formule (I) sont de préférence présents en une teneur allant de 0,1% à 50 % en poids, par rapport au poids total de la composition, et mieux de 2 à 20 %.

5

Les matières pulvérulentes présentes dans la composition peuvent être choisies parmi les pigments, les nacres, et/ou les charges. Ils sont de préférence présents à raison de 0,1 à 80 % en poids par rapport au poids total de la composition.

10

Parmi les pigments, on peut citer les pigments minéraux tels que les oxydes de titane, de zinc, de fer, de zirconium, de cérium ou leurs mélanges. On peut également utiliser les nanopigments de ces oxydes métalliques qui sont connus pour leur propriété anti-UV. Ces nanopigments sont utilisés de façon connue dans les compositions anti-solaires. On entend par "nanopigments" des pigments dont la taille moyenne des particules primaires n'excède pas 100 nm, cette taille étant de

15

préférence comprise entre 5 nm et 100 nm, et plus préférentiellement encore comprise entre 10 et 50 nm. De tels nanopigments d'oxydes métalliques, enrobés ou non enrobés, sont des produits connus de l'homme de l'art et sont en particulier décrits dans la demande de brevet EP-A- 0 518 773, dont l'enseignement est, à cet égard, inclu à titre de référence dans la présente description.

20

Comme pigments minéraux, on peut également citer l'oxyde de chrome, le violet de manganèse, le bleu outremer, l'hydrate de chrome et le bleu ferrique. Les pigments organiques peuvent être choisis parmi le noir de carbone, les pigments de type D & C, et les laques à base de carmin de cochenille.

25

30

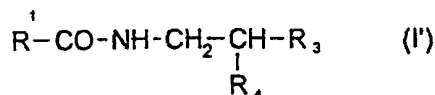
Les nacres peuvent être choisies parmi les pigments nacrés blancs tels que le mica recouvert d'oxyde de titane ou d'oxychlorure de bismuth, les pigments nacrés colorés tels que le mica titane recouvert d'oxydes de fer, le mica titane avec notamment du bleu ferrique ou de l'oxyde de chrome, le mica titane avec un pigment organique du type précité ainsi que les pigments nacrés à base d'oxychlorure de bismuth.

Les charges peuvent être minérales ou organiques, lamellaires ou sphériques. On peut citer le talc, le mica, la silice, le kaolin, les poudres de Nylon, de poly- $\beta$ -alanine et de polyéthylène, le Téflon, la lauroyl-lysine, l'amidon, le micatitane, la nacre naturelle, le nitrure de bore, les poudres de polymères de tétrafluoroéthylène, les microsphères creuses telles que l'Expancel (Nobel Industrie), le polytrap (Dow Corning) et les microbilles de résine de silicone (Tospearls de Toshiba, par exemple), les oxydes de zinc et de titane, le carbonate de calcium précipité, le carbonate et l'hydrocarbonate de magnésium, l'hydroxyapatite, les microsphères de silice creuses (SILICA BEADS de MAPRECOS), les microcapsules de verre ou de céramique; les savons métalliques dérivés d'acides organiques carboxyliques ayant de 8 à 22 atomes de carbone, de préférence de 12 à 18 atomes de carbone, par exemple le stéarate de zinc, de magnésium ou de lithium, le laurate de zinc, le myristate de magnésium.

35

40

L'invention a également pour objet les amides de formule (I') suivante :



5 dans laquelle

- R<sup>1</sup> désigne un radical alkyle ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 3 à 30 atomes de carbone,

10 - R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub>, indépendamment l'un de l'autre, désignent un radical alkyle linéaire comprenant de 1 à 27 atomes de carbone, sous réserve que le nombre total d'atome de carbone du radical -CH<sub>2</sub>-CH(R<sub>3</sub>)(R<sub>4</sub>) de la formule (I') soit inférieur ou égal à 30.

De préférence, R<sup>1</sup>, R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub> ont les significations préférées mentionnées précédemment pour les composés de formule (I).

15 Ces composés se présentent généralement sous forme de liquide huileux. On a donc constaté que la dispersion de matières pulvérulentes dans les amides selon l'invention était meilleure, plus homogène et plus stable dans le temps que la dispersion de ces mêmes matières pulvérulentes dans les huiles de l'art antérieur.

20 Le mélange de matières pulvérulentes et d'amides ramifiés préalablement préparé peut être introduit par exemple dans un support acceptable pour l'application envisagée, notamment dans un support cosmétiquement acceptable.

25 On peut encore introduire lesdits amides ramifiés et les matières pulvérulentes séparément, soit dans une composition notamment cosmétique préalablement préparée, soit directement lors du mélange de tous les constituants de la composition notamment cosmétique, selon des procédés bien connus de l'homme du métier.

30 La composition selon l'invention peut comprendre également au moins une huile, notamment choisie parmi les huiles végétales, animales, minérales ou synthétiques. Bien entendu, l'homme du métier veillera à employer des huiles qui ne nuisent pas à la bonne dispersion des matières pulvérulentes dans la composition, dans des quantités acceptables pour ne pas altérer ladite dispersion.

35 Selon une réalisation particulière de la composition de l'invention, la composition comprend comme unique huile un composé de formule (I) tel que défini précédemment.

40 La composition peut aussi comprendre d'autres corps gras comme les cires, qui peuvent être choisies parmi les cires animales, fossiles, végétales, minérales ou de synthèse connues en soi.

Avantageusement, la composition selon l'invention peut comprendre un support cosmétiquement acceptable.

5 La composition de l'invention peut également contenir au moins un additif choisi parmi les épaississants, les tensioactifs, les parfums, les conservateurs, les filtres solaires, les protéines, les vitamines, les polymères, et tout autre additif classiquement utilisé dans le domaine cosmétique. La quantité précise de chaque additif est déterminée facilement par l'homme de l'art selon sa nature et sa fonction.

10 Bien entendu, l'homme du métier veillera à choisir ce ou ces éventuels additifs et/ou leurs quantités de manière telle que les propriétés avantageuses, et notamment de dispersion des matières pulvérulentes, attachées intrinsèquement aux composés de formule (I) conformément à l'invention ne soient pas, ou substantiellement pas, altérées par la ou les adjonctions envisagées.

15 Les procédés de fabrication des compositions selon l'invention ne diffèrent en rien des procédés classiquement utilisés, notamment en cosmétique, et parfaitement connus de l'homme de l'art.

20 La composition selon l'invention peut se présenter sous la forme d'une dispersion, d'une émulsion, notamment une émulsion eau-dans-huile ou huile-dans-eau, ou bien encore sous la forme d'une pâte souple.

25 Les compositions cosmétiques selon l'invention peuvent se présenter sous forme de composition de maquillage, de composition de soin de la peau, de composition capillaire ou de composition anti-solaire.

30 Les compositions de maquillage peuvent être sous la forme de fard à paupières, de fard à joues, d'eye-liner, de fond de teint, de blush, de mascara, de rouge à lèvres, de stick de soin des lèvres, de composition anti-cernes, de crème teintée.

35 Les compositions capillaires peuvent se présenter sous forme de shampooing, de lotion, de gel, d'émulsion, de dispersion vésiculaire non ionique, de laque pour cheveux et constituer par exemple une composition à rincer, à appliquer avant ou après shampooing, avant ou après coloration ou décoloration, avant, pendant ou après permanente ou défrisage, une lotion ou un gel coiffants ou traitants, une lotion ou un gel pour le brushing ou la mise en plis, une composition de permanente ou de défrisage, de coloration ou décoloration des cheveux.

40 L'invention concerne également l'utilisation d'un amide de formule (I) tel que défini précédemment comme agent de dispersion de matières pulvérulentes. On entend par agent de dispersion un composé apte à favoriser la dispersion desdites matières pulvérulentes.

L'invention a aussi pour objet un procédé de dispersion de matières pulvérulentes caractérisé par le fait que lesdites matières pulvérulentes sont dispersées dans une composition comprenant au moins un amide de formule (I) tel que défini précédemment.

On va maintenant donner des exemples illustrant la présente invention sans toutefois la limiter.

**Exemple 1 : Préparation du N-néopentanoyl-2-butyl-octylamine**

10,4 g d'acide pivalique et 17,2 g de 2-butyl-octylamine ont été mélangés dans le tube de l'appareil micro-ondes (Maxidigest <sup>TM</sup> MX 350 de la société PROLABO; fréquence 2450  $\pm$  50 MHz, puissance modulable 300 W). Après une irradiation d'environ 1 heure à 160  $^{\circ}$ C  $\pm$  10  $^{\circ}$ C, le mélange réactionnel a été solubilisé dans de l'heptane puis purifié sur silice. On a obtenu 19 g de l'amide souhaité.

Le spectre RMN <sup>1</sup>H est conforme à la structure attendue.

**Analyse élémentaire : C<sub>13</sub> H<sub>37</sub> N O**

	C %	H %	N %	O %
Calculé	75,84	13,01	5,20	5,95
Trouvé	75,88	12,93	5,12	6,18

**Exemple 2 : Préparation du N-néopentanoyl-2-octyl-dodécylamine**

62 ml de chlorure de pivaloyle ont été solubilisés dans 180 ml d'heptane puis additionnés à 150 g de 2-octyl-dodécylamine à une température de 60  $^{\circ}$ C. Après addition de 70 ml de triéthylamine, le milieu réactionnel a été agité pendant 2 heures, puis purifié sur silice. On a ainsi obtenu 118 g de l'amide souhaité.

Le spectre RMN <sup>1</sup>H est conforme à la structure attendue.



Analyse élémentaire :  $C_{26}H_{42}NO$

	C %	H %	N %	O %
Calculé	78,67	13,47	3,67	4,19
Trouvé	78,54	13,40	3,63	4,25

5 **Exemple 3** : Préparation du N-(3,5,5-triméthyl-hexanoyl)-2-octyl-dodécylamine

3,6 g d'acide 3,5,5-triméthyl hexanoïque et 6,8 g de 2-octyl-dodécylamine ont été mélangés dans le tube de l'appareil micro-ondes (Maxidigest™ MX 350 de la société PROLABO; fréquence  $2450 \pm 50$  MHz, puissance modulable 300 W). Après  
10 une irradiation d'environ 50 minutes à  $170 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , le mélange réactionnel a été solubilisé dans de l'heptane puis purifié sur silice. On a obtenu 7 g de l'amide souhaité.

Le spectre RMN  $^1\text{H}$  est conforme à la structure attendue.

15

Analyse élémentaire :  $C_{29}H_{59}NO$

	C %	H %	N %	O %
Calculé	79,63	13,50	3,20	3,66
Trouvé	79,75	13,32	3,16	3,93

20 **Exemple 4** : Préparation du N-(3,5,5-triméthyl-hexanoyl)-2-butyl-octylamine

29,2 g d'acide 3,5,5-triméthyl hexanoïque et 34,2 g de 2-butyl-octylamine ont été mélangés dans un récipient ouvert en pyrex placé dans un four micro-ondes (MENUMASTER™ 3100 i; fréquence 2450, puissance à 30 % de 1400 W). Après  
25 6 irradiations d'environ 5 minutes (pour chaque irradiation), le mélange réactionnel a été solubilisé dans de l'heptane puis purifié sur silice. On a obtenu 46 g (77 %) de l'amide souhaité.

Le spectre RMN  $^1\text{H}$  est conforme à la structure attendue.

30

Analyse élémentaire :  $C_{21}H_{42}NO$

	C %	H %	N %	O %
Calculé	77,54	13,23	4,31	4,92
Trouvé	77,45	13,06	4,23	5,12

**Exemple 5 : Exemples comparatifs sur les propriétés de dispersion**

- 5 On a mesuré les vitesses de sédimentation d'un pigment dispersé dans différentes huiles.

**Protocole :**

- 10 On a préparé un mélange de pigment et d'huile comprenant 5 % de pigment. Ce mélange a été agité pendant 20 heures à 30 °C. On a ensuite prélevé 10 ml de la dispersion obtenue après l'agitation dans un tube gradué. Puis on a mesuré le volume de pigment déposé au fond du tube (culot) en fonction du temps. On a déduit alors le volume du surnageant restant dans le tube.

- 15 Le pigment utilisé est de l'oxyde de fer rouge vendu sous la dénomination "SICOMET BRUN ZP 3569" par la société BASF.

**Résultats :**

- 20 On a reporté le volume de surnageant (en ml), pour chaque huile testée, mesuré au cours du temps jusqu'à environ 200 heures.

On a obtenu les résultats suivants :

- 25 a) huiles selon l'invention :

Heures	0	1	9	24	49	72	147	201
Huile n° 1	7	7	7	7	7	7	7	7
Huile n° 2	10	10	10	10	10	10	10	10
Huile n° 3	10	10	10	10	10	10	10	10
Huile n° 4	10	10	10	10	10	10	10	10

Huile n°1 : composé de l'exemple 1

Huile n° 2 : composé de l'exemple 2

- 30 Huile n° 3 : composé de l'exemple 3

Huile n° 4 : composé de l'exemple 4

On a constaté que le volume du surnageant est constant avec les 4 huiles ramifiées selon l'invention. Ces huiles permettent donc d'obtenir une dispersion stable

- 35 du pigment.

b) huiles ne faisant pas partie de l'invention :

Heures	0	6	12	25	50	100	150	200
Huile A	9	7	7	6,5	6,5	6,5	6,5	6,5
Huile B	10	9,9	9,8	9,5	9	7,5	4	3,8
Huile C	8	5,2	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
Huile D	6,5	4	3,9	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8
Huile E	—	9	6,5	2,75	2,4	2	1,9	1,8

Huile A : Huile de Parléam

5 Huile B : Huile de ricin

Huile C : Huile de silicone (SILICONE OIL L-45 10 cst de UNION CARBIDE)

Huile D : Néopentanoate d'octyle dodécyle

Huile E : Huile de silicone phénylée (DOW CORNING 556 FLUID COSMETIC de DOW CORNING)

10

On a constaté qu'avec les 5 huiles ne faisant pas partie de l'invention, le volume de surmageant diminue au bout de 6 heures, la diminution étant même importante après 200 heures. Les dispersions de pigment dans ces huiles ne sont donc pas stables au cours du temps, contrairement aux dispersions dans les huiles selon l'invention.

15

#### Exemple 6 :

On a préparé une émulsion huile-dans-eau ayant la composition suivante :

20

- mélange d'alcool cétylstéarylique et d'alcool cétylstéarylique oxyéthyléné à 33 moles d'oxyde d'éthylène (80/20)

("DEHSCONET 390" de la société TENSIA)

7 g

- mélange de mono et distéarate de glycérol

25

("CERASYNTH SD" de la société ISP)

2 g

- alcool cétylique

1,5 g

- polydiméthylsiloxane ("DC200 Fluid" De DOW CORNING)

1,5 g

- composé de l'exemple 2

10 g

- Nanopigment d'oxyde de titane (MT 100 T de la société TAYCA)

5 g

30

- glycérine

20 g

- conservateurs

qs

- eau déminéralisée

qsp

100g

35

On a obtenu une crème fluide dans laquelle les nanopigments d'oxyde de titane sont dispersés de façon homogène dans la composition. Cette crème est utilisée comme composition anti-solaire pour le visage.

## REVENDICATIONS

1. Composition comprenant au moins une matière pulvérulente caractérisée par le fait qu'elle comprend au moins un amide de formule (I) suivante :

5



dans laquelle  $R^1$  et  $R^2$ , indépendamment l'un de l'autre, désignent un radical alkyle ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 3 à 30 atomes de carbone.

10

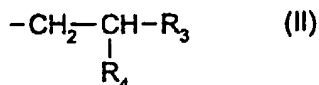
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que  $R^1$  et  $R^2$  désignent, indépendamment l'un de l'autre, un radical alkyle saturé ayant de 3 à 20 atomes de carbone.

15

3. Composition selon l'une des revendications précédentes, caractérisée par le fait que  $R^1$  désigne un radical alkyle saturé ayant de 3 à 10 atomes de carbone.

4. Composition selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisée par le fait que  $R^2$  désigne un radical ramifié de formule (II) :

20



dans laquelle  $R_3$  et  $R_4$ , indépendamment l'un de l'autre, désignent un radical alkyle linéaire comprenant de 1 à 27 atomes de carbone, sous réserve que le nombre total d'atome de carbone du radical de formule (II) soit inférieur ou égal à 30.

25

5. Composition selon la revendication 4, caractérisée par le fait que  $R^3$  et  $R^4$ , indépendamment l'un de l'autre, comportent de 2 à 12 atomes de carbone, et de préférence, de 2 à 10 atomes de carbone.

30

6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que l'amide est choisi dans le groupe formé par :

35

- le N-néopentanoyl-2-octyl-dodécylamine,
- le N-néopentanoyl-2-butyl-octylamine,
- le N-(3,5,5-triméthyl-hexanoyl)-2-octyl-dodécylamine,
- le N-(3,5,5-triméthyl-hexanoyl)-2-butyl-octylamine.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la matière pulvérulente est choisie dans le groupe formé par les pigments, les charges et les nacres.

40

8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que l'amide de formule (I) est présent en une teneur allant de 0,1% à 50 % en poids par rapport au poids total de la composition, et mieux de 2 à 20 %.

5

9. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la matière pulvérulente est présente en une teneur allant de 0,1% à 80 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

10. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle comprend un support cosmétiquement acceptable.

11. Composition cosmétique selon la revendication 10, caractérisée par le fait qu'elle se présente sous la forme d'une dispersion, d'une émulsion ou d'une pâte souple.

15

12. Composition cosmétique selon la revendication 10 ou 11, caractérisée par le fait que la composition se présente sous la forme d'une composition de maquillage, d'une composition de soin de la peau, d'une composition capillaire, d'une composition anti-solaire.

20

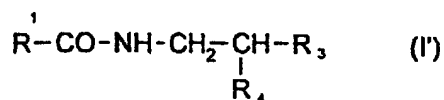
13. Utilisation d'un amide de formule (I) tel que défini dans l'une des revendications 1 à 6 comme agent de dispersion de matières pulvérulentes.

14. Procédé de dispersion de matières pulvérulentes caractérisé par le fait que lesdites matières pulvérulentes sont dispersées dans une composition comprenant au moins un amide de formule (I) tel que défini dans l'une des revendications 1 à 6.

25

15. Composés de formule (I') :

30



dans laquelle

- R<sup>1</sup> désigne un radical alkyle ramifié, saturé ou insaturé, comprenant de 3 à 30 atomes de carbone,

35

- R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub>, indépendamment l'un de l'autre, désignent un radical alkyle linéaire comprenant de 1 à 27 atomes de carbone, sous réserve que le nombre total d'atome de carbone du radical -CH<sub>2</sub>-CH(R<sub>3</sub>)(R<sub>4</sub>) de la formule (I') soit inférieur ou

40

égal à 30.

16. Composés selon la revendication 15, caractérisés par le fait que R1 désigne un radical alkyle ramifié saturé ayant de 3 à 20 atomes de carbone, et de préférence de 3 à 10 atomes de carbone, et que R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub>, indépendamment l'un de l'autre, désignent un radical alkyle linéaire comprenant de 2 à 12 atomes de carbone, et de préférence de 2 à 10 atomes de carbone.

17. Composés selon l'une des revendications 15 ou 16, caractérisés par le fait qu'ils sont choisis dans le groupe formé par :

- le N-néopentanoyl-2-octyl-dodécylamine,
- le N-néopentanoyl-2-butyl-octylamine,
- le N-(3,5,5-triméthyl-hexanoyl)-2-octyl-dodécylamine,
- le N-(3,5,5-triméthyl-hexanoyl)-2-butyl-octylamine.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 98/01077

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 6 C07C233/05 A61K7/48

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 C07C A61K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 30 09 543 A (HENKEL) 24 September 1981 see claim 1; examples C,L	15
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 123, no. 2, 10 July 1995 Columbus, Ohio, US; abstract no. 19050w, J.S. PRESTON ET AL: "Solvent extraction of uranium(VI) and thorium(IV) from nitrate media by carboxylic acid amides" page 719; XP002056530 see abstract & SOLVENT EXTR. ION EXCH., vol. 13, no. 3, 1995, pages 391-413, see the compound CN: 163930-78-7 -/-	15

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"A" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

9 September 1998

Date of mailing of the international search report

22/09/1998

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Voyiazoglou, D

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 98/01077

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	M. BENOIT-GUYOD ET AL: "Recherches dans la série dipropylacétique VIII.-Structures homologues : amides et urées de la propyl-2-pentylamine" CHIMIE THÉRAPEUTIQUE, vol. 7, no. 5, 1972, pages 393-398, XP002056529 see example 179	15
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 125, no. 19, 4 November 1996 Columbus, Ohio, US; abstract no. 247066c, T. DAGNAC ET AL: "A methodological approach to N,N-dialkylamide thermal degradation at low temperatures" page 1075; XP002056531 see abstract & J. ANAL. APPL. PYROLYSIS, vol. 37, no. 1, 1996, pages 33-47, see the compound CN: 182012-67-5	15
A	WO 94 18940 A (ESTEE LAUDER) 1 September 1994 cited in the application see claims 1,5,21	1
A	GB 2 001 083 A (IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES) 24 January 1979 see claims 1,2,13	1
A	US 5 476 643 A (A. W. FOGEL) 19 December 1995 cited in the application see claim 1	14



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 98/01077

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 3009543	A	24-09-1981	NONE	
WO 9418940	A	01-09-1994	AU 6442794 A CA 2156931 A EP 0686025 A JP 8507081 T US 5468471 A	14-09-1994 01-09-1994 13-12-1995 30-07-1996 21-11-1995
GB 2001083	A	24-01-1979	AU 518818 B AU 3780278 A BE 868890 A CA 1117689 A CH 640150 A DE 2830860 A DK 317278 A,B, FR 2397226 A JP 1570685 C JP 54037082 A JP 63030057 B NL 7807584 A,C US 4224212 A	22-10-1981 10-01-1980 10-01-1979 02-02-1982 30-12-1983 01-02-1979 16-01-1979 09-02-1979 25-07-1990 19-03-1979 16-06-1988 17-01-1979 23-09-1980
US 5476643	A	19-12-1995	NONE	

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De: .de Internationale No

PCT/FR 98/01077

**A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE**  
CIB 6 C07C233/05 A61K7/48

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 C07C A61K

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	DE 30 09 543 A (HENKEL) 24 septembre 1981 voir revendication 1; exemples C,L	15
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 123, no. 2, 10 juillet 1995 Columbus, Ohio, US; abstract no. 19050w, J.S. PRESTON ET AL: "Solvent extraction of uranium(VI) and thorium(IV) from nitrate media by carboxylic acid amides" page 719; XP002056530 voir abrégé & SOLVENT EXTR. ION EXCH., vol. 13, no. 3, 1995, pages 391-413, composé du CN:163930-78-7 ----- -/-	15

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

9 septembre 1998

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

22/09/1998

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Voyiazoglou, D

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Des. de Internationale No

PCT/FR 98/01077

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	M. BENOIT-GUYOD ET AL: "Recherches dans la série dipropylacétique VIII.-Structures homologues : amides et urées de la propyl-2-pentylamine" CHIMIE THÉRAPEUTIQUE, vol. 7, no. 5, 1972, pages 393-398, XP002056529 voir exemple 179	15
X	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 125, no. 19, 4 novembre 1996 Columbus, Ohio, US; abstract no. 247066c, T. DAGNAC ET AL: "A methodological approach to N,N-dialkylamide thermal degradation at low temperatures" page 1075; XP002056531 voir abrégé & J. ANAL. APPL. PYROLYSIS, vol. 37, no. 1, 1996, pages 33-47, composé du CN:182012-67-5	15
A	WO 94 18940 A (ESTEE LAUDER) 1 septembre 1994 cité dans la demande voir revendications 1,5,21	1
A	GB 2 001 083 A (IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES) 24 janvier 1979 voir revendications 1,2,13	1
A	US 5 476 643 A (A. W. FOGEL) 19 décembre 1995 cité dans la demande voir revendication 1	14

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Doc. de l'Internationale No

PCT/FR 98/01077

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
DE 3009543 A	24-09-1981	AUCUN	
WO 9418940 A	01-09-1994	AU 6442794 A CA 2156931 A EP 0686025 A JP 8507081 T US 5468471 A	14-09-1994 01-09-1994 13-12-1995 30-07-1996 21-11-1995
GB 2001083 A	24-01-1979	AU 518818 B AU 3780278 A BE 868890 A CA 1117689 A CH 640150 A DE 2830860 A DK 317278 A, B, FR 2397226 A JP 1570685 C JP 54037082 A JP 63030057 B NL 7807584 A, C US 4224212 A	22-10-1981 10-01-1980 10-01-1979 02-02-1982 30-12-1983 01-02-1979 16-01-1979 09-02-1979 25-07-1990 19-03-1979 16-06-1988 17-01-1979 23-09-1980
US 5476643 A	19-12-1995	AUCUN	